

NOUVEAU LATEX INVERSE CONCENTRE, PROCEDE POUR SA PREPARATION,  
ET UTILISATION DANS L'INDUSTRIE

La présente demande concerne des latex inverse eau dans huile épaississants, leur procédé de préparation et leur application en tant qu'épaississant et/ou émulsionnant dans 5 les produits industriels, les produits de soins de la peau et des cheveux ou pour la fabrication de préparations cosmétiques, dermopharmaceutiques ou pharmaceutiques.

Les latex inverses de polymères de l'acide 1-acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) 10 amino] 1-propanesulfonique (dénommé aussi acide 2-acrylamido 2-méthyl propanesulfonique, ATBS ou AMPS) partiellement ou totalement salifié ainsi que leur utilisation en cosmétique et/ou pharmacie ont fait de nombreuses demandes de brevet. Cependant la présence de quantités importantes d'eau et d'huile représente un inconvénient non négligeable en termes de volume, de coût et parfois de risques accrus et/ou d'effets toxiques.

Des solutions ont donc été développées pour augmenter la concentration en polymères dans les latex finaux par exemple en soumettant le milieu réactionnel en fin de polymérisation, à une étape de distillation sous vide pour enlever une partie plus ou moins importante d'eau et d'huile. Cette distillation est cependant délicate à mettre en œuvre car elle induit souvent une déstabilisation du latex inverse qu'il faut contrer par l'addition préalable 15 d'agents stabilisants. Les demandes de brevet européen EP 0 161 038 et EP 0 126 528 ainsi que la demande de brevet britannique GB 1 482 515 divulguent une telle utilisation de polymères stabilisants.

Mais ceux-ci contiennent des alcools ou des glycols qui induisent des problèmes environnementaux. De plus il se produit parfois une prise en masse du milieu réactionnel lors de l'étape de distillation sans que ce phénomène n'ait jamais vraiment été expliqué, mais dont la conséquence certaine est la destruction du lot de latex inverse et un nettoyage 25 pénible et coûteux du réacteur. Enfin, même quand la distillation se déroule correctement, les latex inverses obtenus s'inversent souvent difficilement, ils ont une viscosité élevée et présentent parfois en leur sein des micro-gels. Ces inconvénients interdisent donc leur utilisation dans la fabrication de formulations cosmétiques et/ou d'impression textile.

C'est pourquoi la demanderesse s'est attachée à mettre au point des latex inverses concentrés, c'est à dire comprenant au moins 50 % en poids de polymère et moins de 5 % en poids d'eau dépourvus de tels inconvénients.

Selon un premier aspect, l'invention a pour objet une composition sous forme d'un latex inverse comprenant :

- a) de 50 % en poids à 80 % d'au moins un polymère organique (P) linéaire, branché ou réticulé,
- 5 b) de 5 % en poids à 10 % d'un système émulsionnant (S<sub>1</sub>) de type eau dans huile (E/H),
- c) de 5 % en poids à 45 % en poids d'au moins une huile, et
- d) de 0 % à 5 % d'eau.

Le polymère (P) présent dans la composition objet de l'invention peut être un homopolymère ou un polymère formé à partir de plusieurs types différents de monomères. Il s'agit principalement d'un copolymère, d'un terpolymère ou d'un térapolymère.

La composition telle que définie précédemment contient, soit un seul polymère (P), soit un mélange de polymères (P) différents.

Selon un premier aspect particulier de la présente invention, le polymère (P) est

15 - soit un homopolymère d'un monomère choisi ou bien parmi ceux possédant une fonction acide fort partiellement ou totalement salifiée ou bien parmi ceux possédant une fonction acide faible partiellement ou totalement salifiée ou bien parmi les monomères cationiques,

- soit un copolymère dans lequel chacun des monomères est choisi indépendamment

20 l'un de l'autre ou bien parmi ceux possédant une fonction acide forte partiellement ou totalement salifiée ou bien parmi ceux possédant une fonction acide faible partiellement ou totalement salifié ou bien parmi les monomères neutres ou bien parmi les monomères cationiques,

- soit un terpolymère dans lequel chacun des monomères est choisi indépendamment

25 les uns des autres ou bien parmi ceux possédant une fonction acide forte partiellement ou totalement salifiée ou bien parmi ceux possédant une fonction acide faible partiellement ou totalement salifié ou bien parmi les monomères neutres ou bien parmi les monomères cationiques,

- soit un térapolymère dans lequel chacun des monomères est choisi indépendamment

30 les uns des autres ou bien parmi ceux possédant une fonction acide forte partiellement ou totalement salifiée ou bien parmi ceux possédant une fonction acide faible partiellement

ou totalement salifié ou bien parmi les monomères neutres ou bien parmi les monomères cationiques.

Dans la composition telle que définie ci-dessus, le système émulsionnant ( $S_1$ ) de type eau dans huile (E/H) est constitué soit d'un seul tensioactif soit d'un mélange de tensioactifs 5 à condition que ledit mélange ait une valeur de HLB suffisamment faible pour induire des émulsions eau dans huile. Comme agent émulsionnant de type eau - dans huile, il y a par exemple les esters de sorbitan, comme le l'oléate de sorbitan, comme celui commercialisé par la société SEPPIC sous le nom MONTANE™ 80, l'isostéarate de sorbitan, comme celui commercialisé par la société SEPPIC sous le nom MONTANE™ 70 ou le sesquioléate de 10 sorbitan comme celui commercialisé par la société SEPPIC sous le nom MONTANE™ 83. Il y aussi certains esters de sorbitan polyéthoxylés, par exemple le monooléate de sorbitan pentaéthoxylé comme celui commercialisé par la société SEPPIC sous le nom MONTANOX™ 81 ou l'isostéarate de sorbitan pentaéthoxylé comme celui commercialisé sous le nom MONTANOX™ 71 par la société SEPPIC. Il y a encore l'alcool olécétylique diéthoxylé comme celui commercialisé sous le nom SIMULSOL™ OC 72 par la société SEP- 15 PIC, l'acrylate de lauryle tétraéthoxylé comme celui commercialisé sous le nom BLEM-MER™ ALE 200 ou les polyesters de poids moléculaire compris entre 1000 et 3000, produits de la condensation entre un acide poly(iosbutényl) succinique ou son anhydride et un polyéthylène glycol, tels que l'HYPERMER™ 2296 commercialisé par la société UNI- 20 CHEMA ou enfin les copolymères blocks de poids moléculaire compris entre 2500 et 3500, comme l'HYPERMER™ B246 commercialisé par la société UNICHEMA ou le SIMA-LINE™ IE 200 commercialisé par la société SEPPIC.

Par polymère branché, on désigne pour (P), un polymère non linéaire qui possède des chaînes pendantes de manière à obtenir, lorsque ce polymère est mis en solution dans l'eau, un fort état d'enchevêtrement conduisant à des viscosités à bas gradient très importantes.

Par polymère réticulé, on désigne pour (P), un polymère non linéaire se présentant à l'état de réseau tridimensionnel insoluble dans l'eau, mais gonflable à l'eau et conduisant donc à l'obtention d'un gel chimique.

30 La composition selon l'invention peut comporter des motifs linéaires, des motifs réticulés et/ou des motifs branchés.

Lorsque le polymère (P) est réticulé, il l'est plus particulièrement avec un composé diéthylénique ou polyéthylénique dans la proportion molaire exprimée par rapport aux monomères mis en oeuvre, de 0,005% à 1%, et de préférence de 0,01 % à 0,2 % et, plus particulièrement de 0,01 % à 0,1 %. De préférence l'agent de réticulation et/ou l'agent de ramification est choisi parmi le diméthacrylate d'éthylèneglycol, le diacrylate de diéthylèneglycol, le diallyloxyacétate de sodium, le diacrylate d'éthylèneglycol, le diallyl urée, le triallylamine, le triméthylol propanetriacrylate ou le méthylène-bis-(acrylamide).

La fonction acide forte des monomères en comportant est notamment la fonction acide sulfonique ou la fonction acide phosphonique. Lesdits monomères sont par exemple l'acide styrènesulfonique partiellement ou totalement salifié ou, de préférence, l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique (dénommé aussi acide 2-acrylamido 2-méthyl propanesulfonique) partiellement ou totalement salifiée.

La fonction acide faible des monomères en comportant est notamment la fonction acide carboxylique partiellement salifiée. Lesdits monomères peuvent être par exemple l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, l'acide itaconique, l'acide maléique ou l'acide 3-méthyl 3-[(1-oxo 2-propényl) amino] butanoïque partiellement ou totalement salifié.

- Les monomères neutres sont notamment choisis parmi l'acrylamide, le méthacrylamide, le diacétoneacrylamide, le diméthylacrylamide, le N-isopropyl acrylamide, le N-[2-hydroxy-1,1-bis(hydroxyméthyl) éthyl] propénamide [ou tris(hydroxyméthyl) acrylamidométhane ou N-tris(hydroxyméthyl) méthyl acrylamide dénommé aussi THAM], l'acrylate de (2-hydroxy éthyle), l'acrylate de (2,3-dihydroxy propyle), le méthacrylate de (2-hydroxy éthyle), le méthacrylate de (2,3-dihydroxy propyle), un dérivé éthoxylé de poids moléculaire compris entre 400 et 1000, de chacun de ces esters ou le vinyl pyrrolidone.

- Les monomères cationiques sont notamment choisis parmi les dérivés d'ammonium quaternaires. Lesdits monomères peuvent être par exemple les sels de 2,N,N,N-tétraméthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] propanammonium, de 2,N,N-triméthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] propanammonium, de N,N,N-triméthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) oxy] éthanammonium, de N,N,N-triméthyl 3-[(1-oxo 2-propényl) oxy] propanammonium, de N,N,N-triméthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] propanammonium, de diallyl diméthyl ammonium. Par sel on entend plus particulièrement les chlorures, les bromures ou les iodures des dits sels d'ammonium.

Pour les monomères à fonction acide forte ou à fonction acide faible, le terme salifié indique les sels de métaux alcalins tels que les sels de sodium ou de potassium, les sels de bases azotées comme le sel d'ammonium ou le sel de monoéthanolamine ( $\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_4^+$ ).

5 Selon un deuxième aspect particulier de la présente invention, le polymère (P) est choisi parmi :

- les copolymères réticulés de l'acide acrylique partiellement salifié sous forme de sel de sodium ou de sel d'ammonium et de l'acrylamide ;
- les copolymères réticulés de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique partiellement salifié sous forme de sel de sodium et de l'acrylamide ;
- les copolymères réticulés de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique et de l'acide acrylique partiellement salifiés sous forme de sel de sodium ;
- les copolymères réticulés de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique partiellement salifié sous forme de sel de sodium et de l'acrylate de 2-hydroxy éthyle ;
- les copolymères réticulés de l'acrylamide et du N,N,N-triméthyl 3-(1-oxo 2-propényle) propanammonium,
- les homopolymères réticulés de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique partiellement salifié sous forme de sel de sodium ;
- les homopolymères réticulés de l'acide acrylique partiellement salifié sous forme de sel d'ammonium ou de sel de monoéthanolamine,
- les terpolymères de l'acrylamide, du N,N,N-triméthyl 3-(1-oxo 2-propényle) propanammonium, et de tris(hydroxyméthyl)aminométhyl acrylamide.
- les terpolymères réticulés de l'acrylamide, de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique et de l'acide acrylique partiellement salifiés sous forme de sel sodium,
- les terpolymères de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique partiellement salifié sous forme de sel de sodium, de l'acrylamide et du vinyl pyrrolidone

30 Selon un troisième mode particulier de la présente invention, la composition telle que définie précédemment, comprend au moins de 60 % en poids et au plus 70 % en poids

de polymère (P).

Selon un quatrième mode particulier de la présente invention, la composition telle que définie précédemment, comprend en outre jusqu'à 5 % de son poids d'un système émulsionnant (S<sub>2</sub>) de type huile dans eau (H/E).

5 Par "agent émulsifiant du type huile dans eau", on désigne des agents émulsifiants possédant une valeur de HLB suffisamment élevée pour fournir des émulsions huile dans l'eau tels que les esters de sorbitan éthoxylés comme l'oléate de sorbitan polyéthoxylé avec 20 moles d'oxyde d'éthylène, commercialisé par la société SEPPIC sous le nom de MONTANOX™ 80, le laurate de sorbitan polyéthoxylé avec 20 moles d'oxyde d'éthylène, 10 commercialisé par la société SEPPIC sous le nom de MONTANOX™ 20, l'huile de ricin polyéthoxylé avec 40 moles d'oxyde d'éthylène commercialisé sous le nom SIMULSOL™ OL50, l'alcool oléodécylique décaéthoxylé, commercialisé par la société SEPPIC sous le nom SIMULSOL™ OC 710, l'alcool laurique heptaéthoxylé commercialisé sous le nom SIMULSOL™ P7, le nonylphénol décaéthoxylé commercialisé sous le nom de SYNPERONIC™ NP-10 ou les hexaoléates de sorbitan polyéthoxylés commercialisés par la société 15 ATLAS sous les nom G-1086 et G-1096.

Dans la composition objet de la présente invention, la phase huile est constituée soit par une huile minérale commerciale contenant des hydrocarbures saturés comme les paraffines, les isoparaffines, les cycloparaffines, présentant à température ambiante, une densité 20 entre 0,7 et 0,9 et un point d'ébullition supérieur à environ 250°C, telle que par exemple le MARCOL™ 52 commercialisés par EXXON CHEMICAL, soit par une huile végétale comme le squalane d'origine végétale, soit une huile de synthèse tel que le polyisobutène hydrogéné ou le polydécène hydrogéné, soit par un mélange de plusieurs de ces huiles. Le MARCOL™ 52 est une huile commerciale répondant à la définition des huiles de vaseline 25 du Codex français. C'est une huile blanche minérale conforme aux réglementations FDA 21 CFR 172.878 et CFR 178.3620 (a) et elle est inscrite à la Pharmacopée des USA, US XXIII (1995) et à la Pharmacopée européenne (1993). La composition selon l'invention peut également contenir divers additifs tels que des agents complexants, des agents de transfert ou des agents limiteurs de chaîne.

30 Selon un autre aspect de la présente invention, celle-ci a pour objet un procédé de préparation de la composition telle que définie précédemment, caractérisé en ce que :

a) l'on émulsionne une phase aqueuse (A) contenant les monomères et les éventuels additifs hydrophiles, dans une phase organique (O) contenant, le système tensioactif (S<sub>1</sub>), un mélange constitué de l'huile destinée à être présente dans la composition finale et d'une huile volatile et les éventuels additifs hydrophobes,

5 b) l'on amorce la réaction de polymérisation par introduction dans l'émulsion formée en a), d'un initiateur de radicaux libres puis on la laisse se dérouler, et

c) l'on concentre par distillation, le milieu réactionnel issu de l'étape b) jusqu'à élimination complète de ladite huile volatile.

Les huiles volatiles appropriées à la mise en œuvre du procédé tel que défini ci-dessus, sont par exemple des isoparaffines légères comportant de 8 à 11 atomes de carbone comme par exemple ceux vendues sous les noms ISOPAR™ G, ISOPAR™ L ou ISO-PAR™ H ou ISOPAR™ J.

10 Selon une mise en œuvre préférée du procédé tel que défini précédemment, la réaction de polymérisation est amorcée par un couple oxydoréducteur, tel que le couple hydroperoxyde de cumène - métabisulfite de sodium, à une température inférieure ou égale à 15 10°C, puis conduite soit de manière quasi-adiabatique jusqu'à une température supérieure ou égale à 40°C, plus particulièrement supérieure ou égale à 50°C, soit en contrôlant l'évolution de la température.

15 Lorsque l'étape c) est terminée, on introduit si désiré un ou plusieurs agents émulsifiants de type huile dans eau à une température inférieure à 50°C.

20 L'invention a aussi pour objet l'utilisation de la composition telle que définie précédemment pour préparer une composition topique cosmétique, dermatopharmaceutique ou pharmaceutique.

25 Une composition topique selon l'invention, destinée à être appliquée sur la peau ou les muqueuses de l'homme ou de l'animal, peut consister en une émulsion topique comprenant au moins une phase aqueuse et au moins une phase huile. Cette émulsion topique peut être du type huile dans eau. Plus particulièrement, cette émulsion topique peut consister en une émulsion fluide, telle un lait ou un gel fluide. La phase huile de l'émulsion topique peut consister en un mélange d'une ou plusieurs huiles.

30 Une composition topique selon l'invention peut être destinée à une utilisation cosmétique ou être utilisée pour préparer un médicament destiné au traitement des maladies de

la peau et des muqueuses. Dans ce dernier cas, la composition topique comporte alors un principe actif qui peut par exemple consister en un agent anti-inflammatoire, un myorelaxant, un antifongique ou un antibactérien.

5 Lorsque la composition topique est utilisée en tant que composition cosmétique destinée à être appliquée sur la peau ou les muqueuses, elle peut ou non comporter un principe actif, par exemple un agent hydratant, un agent bronzant, un filtre solaire, un antirides, un agent à visée amincissante, un agent antiradicalaire, un agent antiacnéique ou un antifongique.

Une composition topique selon l'invention comporte habituellement entre 0,1 % et 10 10 % en poids de l'agent épaississant défini ci-dessus. Le pH de la composition topique est de préférence supérieur ou égal à 5.

La composition topique peut en outre comporter des composés classiquement compris dans ce type de compositions, par exemple des parfums, des conservateurs, des colorants, des émollients ou des tensioactifs.

15 Selon encore un autre aspect, l'invention concerne l'utilisation du nouvel agent épaississant conforme à l'invention, mentionné ci-dessus, pour épaissir et émulsionner une composition topique comprenant au moins une phase aqueuse.

La composition selon l'invention est un substitut intéressant à celles vendues sous les noms SEPIGEL™ 305, SEPIGEL™ 501, SIMULGEL™ EG, SIMULGEL™ NS ou 20 SIMULGEL™ 600 par la demanderesse, car elle présente aussi une bonne compatibilité avec les autres excipients utilisés pour la préparation de formulations telles que les laits, les lotions, les crèmes, les savons, les bains, les baumes, les shampoings ou les après-shampoings. Elle peut aussi être mise en œuvre avec lesdits SEPIGEL ou SIMULGEL.

Elle est notamment compatible avec les concentrés décrits et revendiqués dans les 25 publications internationales WO 92/06778, WO 95/04592, WO 95/13863, WO 96/37285, WO 98/22207, WO 98/47610 ou dans FR 2734 496, avec les agents tensioactifs décrits dans WO 93/08204.

Elle est particulièrement compatible avec le MONTANOV™ 68, le MONTANOV™ 82, le MONTANOV™ 202 ou le SEPIPERL™ N. Elle peut également être utilisée dans des 30 émulsions du type de celles décrites et revendiquées dans EP 0 629 396 et dans les dispersions aqueuses cosmétiquement ou physiologiquement acceptable avec un composé organ-

nopolysiloxane choisi, par exemple parmi ceux décrits dans WO 93/05762 ou dans WO 93/21316.

Elle peut également être utilisée pour former des gels aqueux à pH acide cosmétiquement ou physiologiquement acceptable, tels que ceux décrit dans WO 93/07856 ; elle 5 peut également être utilisée en association avec des celluloses non-ioniques, pour former par exemple des gels de coiffage tels que ceux décrits dans EP 0 684 024, ou encore en association avec des esters d'acides gras et de sucre, pour former des compositions pour le traitement du cheveu ou de la peau telles que celles décrites dans EP 0 603 019. ou encore dans les shampoings ou après-shampoings tels que décrits et revendiqués dans WO 92/21316 10 ou enfin en association avec un homopolymère anionique tels que le CARBOPOL™ pour former des produits de traitement des cheveux comme ceux décrits dans DE 195 23596 ou en association avec d'autres polymères épaississants.

La composition selon l'invention est également compatible avec les principes actifs tels que par exemple, les agents auto-bronzants comme le dihydroxyacétone (DHA) ou les 15 agents anti-acné ; elle peut donc être introduite dans des compositions auto-bronzantes comme celles revendiquées dans EP 0 715 845, EP 0 604249, EP 0576188 ou dans WO 93/07902.

Elle est également compatible avec les dérivés N-acylés d'aminoacides, ce qui permet son utilisation dans des compositions apaisantes notamment pour peau sensible, telles 20 que celles décrites ou revendiquées dans WO 92/21318, WO 94/27561 ou dans WO 98/09611.

Lorsque la composition telle que définie précédemment est destinée au traitement de cheveux, elle comprend plus particulièrement un latex inverse de polymère cationique objet de la présente invention.

25 Lorsque la composition telle que définie précédemment est destinée au traitement de la peau et/ou des muqueuses, elle comprend plus particulièrement un latex inverse de polymère anionique objet de la présente invention.

Les latex inverse objet de la présente invention peuvent être utilisés comme épaississant de pâtes d'impression textile

30 Les exemples qui suivent ont pour but d'illustrer la présente invention.

**EXEMPLE 1 : Latex inverse du terpolymère AM/APTAC/THAM (rapport molaire en monomère : 73/20/7) (Epaississant cationique – composition 1)**

a) - Dans un premier bêcher on introduit successivement sous agitation :

5            - 388,8 g d'une solution commerciale d'acrylamide (AM) à 50 % en poids,  
          - 206,5 g d'une solution commerciale à 75 % de chlorure de N,N,N-triméthyl  
          3-(1-oxo 2-propényle) propanammonium (APTAC),  
          - 46 g de tris(hydroxyméthyl) amino méthyl acrylamide (THAM),  
          - 0,56 g d'une solution commerciale à 40 % du diéthylènetriaminepentaacé-

10            tate de sodium, et

          - de l'eau perméée de manière à amener la masse totale à 813,8 g.  
          - Le pH est ajusté à 5,

b) - Dans un deuxième bêcher, on prépare une phase organique en mélangeant :

15            - 137,5 g de MARCOL™ 52  
          - 186,3 g d'ISOPAR™ G  
          - 25 g de MONTANE™ 70 ( isostéarate de sorbitan )  
          - 6,2 g d'HYPERMER™ 2296  
          - 6,0 g de SIMALINE™ IE 200  
          - 6,2 g d'acrylate de lauryle tétraéthoxylé,  
          - 125 g d'azo bis(isobutyronitrile) (AIBN)

20            c) - Les deux phases sont ensuite mélangées sous agitation et soumises à une agitation mécanique violente de manière à créer une émulsion fine. Cette émulsion est ensuite placée dans un réacteur et l'on y fait barboter de l'azote afin d'en éliminer l'oxygène dissous.

25            d) - Après refroidissement à environ 8°C, la réaction de polymérisation est initiée à l'aide du couple oxydoréducteur : hydroperoxyde de cumène /métabisulfite de sodium.

e) - Une fois la réaction de polymérisation terminée, on retire par distillation sous vide l'ISOPAR™ G et la quasi-totalité de l'eau.

30            f) - On obtient après introduction de 5% de MONTANOX™ 20, un latex inverse épaississant cationique contenant environ 63% de polymère. Le produit obtenu est exempt de grains et de micro-gel. Il est peu visqueux, son pouvoir épaississant est important et il

s'inverse facilement. Sa teneur en eau mesurée par une titrimétrie Karl-Fisher est de 3 % en poids.

Mesures de viscosité (viscosimètre Brookfield RVT)

	Mobile (M) ; Vitesse de rotation du mobile (V) (en tour par mi- nute)	Viscosité en mPas
Latex inverse	M 4 ; V : 20	6 000
Solution aqueuse à 2% en poids	M 6 ; V : 5	139 000
Solution aqueuse à 2% en poids + 0,1 % en poids de NaCl	M 6 ; V : 5	12 900

5 EXEMPLE 2 : Latex inverse du copolymère AM/ATBS (rapport molaire : 70/30) ré-  
ticulé au MBA (Epaississant anionique – composition 2)

a) - Dans un premier réacteur, on introduit successivement sous agitation :

- 245 kg d'une solution commerciale d'acrylamide (AM) à 50 % en poids
- 308,1 kg d'une solution commerciale à 55 % du sel de sodium de l'acide 2-acrylamido 2-méthyl propanesulfonique (ATBS) .
- 0,066 kg de méthylène bis(acrylamide) (MBA).
- 0,37 kg d'une solution commerciale à 40 % du diéthylènetriaminepentaacétate de sodium
- le pH est ajusté à 5,0 à l'aide d'acide 2-acrylamido 2-méthyl propanesulfonique en poudre
- de l'eau perméée de manière à amener la masse totale à 564,3 kg.

b) - Dans un deuxième réacteur on prépare une phase organique en mélangeant :

- 107,6 kg de Polyisobutène
- 74,5 kg d'ISOPAR™ G
- 14,1 kg de MONTANETM 70
- 2,5 kg d'HYPERMER™ 2296
- 4,1 kg de SIMALINE™ IE 200
-

c) - La phase aqueuse est alors introduite dans la phase organique sous agitation et puis la pré-émulsion ainsi obtenue est soumise à une agitation mécanique violente à l'aide d'une turbine de type Silverson de manière à créer une émulsion fine sous barbotage d'azote.

5 d) - Après refroidissement à environ 8°C, la réaction de polymérisation est initiée à l'aide du couple oxydoréducteur : persulfate d'ammonium / métabisulfite de sodium.

e) - Une fois la réaction de polymérisation terminée, on retire par distillation sous vide l'ISOPARTM G et la quasi-totalité de l'eau.

10 f) - On obtient après introduction de 5 % de MONTANOXTM 20 un latex inverse épaississant anionique contenant environ 63 % de polymère. Le produit obtenu est peu visqueux, son pouvoir épaississant est important et il s'inverse facilement. Sa teneur en eau mesurée par une titrimétrie Karl-Fisher est de 3 % en poids.

Mesures de viscosité (viscosimètre Brookfield RVT)

	Mobile (M) ; Vitesse de rotation du mobile (V) (en tour par minute)	Viscosité en mPas
Latex inverse	M 4 ; V : 20	4 000
Solution aqueuse à 2% en poids	M 6 ; V : 5	135 000
Solution aqueuse à 2% en poids + 0,1 % en poids de NaCl	M 6 ; V : 5	20 800

15 EXEMPLE 3 : Latex inverse du copolymère AM/AA (rapport molaire : 25/75)

(Epaississant anionique – composition 3)

a) - Dans un premier bêcher, on introduit successivement sous agitation :

- 106,5 g d'une solution commerciale d'acrylamide (AM) à 50 % (massique)
- 162,0 g d'acide acrylique glacial (AA)

20 - 98,1 g d'une solution d'ammoniaque à 29,3 % en poids

- 277 g de méthylène bis(acrylamide) (MBA).
- 0,45 g d'une solution commerciale à 40 % du diéthylènetriaminepentaacétate de sodium
- de l'eau perméée jusqu'à 680 g

b) - Dans un deuxième bêcher, on prépare une phase organique en mélangeant :

- 121 g de MARCOL™ 52
- 99 g d'ISOPAR™ G
- 17 g de MONTANE™ 70
- 3 g d'HYPERMER™ 2296
- 5 g de SIMALINE™IE 200
- 0,1 g d'AIBN

5 c) - La phase aqueuse est alors introduite dans la phase organique sous agitation et puis la pré-émulsion ainsi obtenue est soumise à une agitation mécanique violente à l'aide d'une turbine de type Silverson de manière à créer une émulsion fine sous barbotage d'azote.

10 d) - Après refroidissement à environ 8°C, la réaction de polymérisation est initiée à l'aide du couple oxydoréducteur : hydroperoxyde de cumène / métabisulfite de sodium.

15 e) - Une fois la réaction de polymérisation terminée, on retire par distillation sous vide l'ISOPAR™ G et la quasi-totalité de l'eau.

f) - On obtient après introduction de 5 % de MONTANOX™ 20 un latex inverse épaississant anionique contenant environ 63 % de polymère. Le produit obtenu est peu visqueux, son pouvoir épaississant est important et il s'inverse facilement. Sa teneur en eau mesurée par une titrimétrie Karl-Fisher est de 2,5 % en poids.

20

Mesures de viscosité (viscosimètre Brookfield RVT)

A - On mesure les viscosités d'une solution aqueuse comprenant 2% en poids du latex inverse concentré obtenu et d'une solution aqueuse contenant 2% en poids dudit latex inverse et 0,1% en poids du chlorure de sodium.

	Mobile (M) ; Vitesse de rotation du mobile (V) (en tour par minute)	Viscosité en mPas
Latex inverse	M 4 ; V : 20	400
Solution aqueuse à 2% en poids	M 6 ; V : 5	150 000
Solution aqueuse à 2% en poids + 0,1 % en poids de NaCl	M 6 ; V : 5	72 800

B – On prépare un latex inverse non concentré en mettant en œuvre les étapes a) à d) du procédé décrit dans le présent exemple avec les mêmes quantités de produits.

5 A l'issue de l'étape d) on ajoute 5% de Montanox<sup>TM</sup> 20 et l'on obtient un latex inverse (composition III) comportant 28% de polymère.

On mesure la viscosité des solutions suivantes :

Composition T à 2% dans l'eau : Solution S<sub>1</sub>

Composition T à 2% + 0,1% en poids de NaCl : S<sub>2</sub>

Composition 3 à 1% dans l'eau : Solution S<sub>3</sub>

10 Composition 3 à 1% dans l'eau + 0,1% en poids de NaCl : Solution S<sub>4</sub>

On obtient les résultats suivants :

	Mobile (M) ; Vitesse de rotation du mobile (V) (en tour par minute)	Viscosité en mPas
S <sub>1</sub> (Etat de la technique)	M <sub>6</sub> ; V : 5	47800
S <sub>3</sub> (invention)	M <sub>6</sub> ; V: 5	55400
S <sub>2</sub> (état de la technique)	M <sub>3</sub> ; V : 5	560
S <sub>4</sub> (invention)	M <sub>3</sub> ; V <sub>5</sub>	1400

15 La comparaison des résultats des solutions salées (S<sub>2</sub>) et (S<sub>4</sub>) fait apparaître que le latex inverse concentré engendre une meilleure tenue aux sels que le latex inverse de l'état de la technique à concentration en polymère équivalente.

**EXEMPLE 4 : Latex inverse du terpolymère AM/ATBPS/AA (rapport molaire : 20 65/30/) (Epaississant anionique – composition 4)**

a) - Dans un premier réacteur, on introduit successivement sous agitation :

- 227,5 kg d'une solution commerciale d'acrylamide (AM) à 50 % (massique )
- 308,1 kg d'une solution commerciale à 55 % du sel de sodium de l'acide 2-

25 acrylamido 2-méthyl propanesulfonique (ATBS).

- 8,8 kg d'acide acrylique (AA)  
- 0,066 kg de méthylène bis(acrylamide) (MBA).  
- 0,37 kg d'une solution commerciale à 40 % du diéthylènetriaminepentaacé-  
tate de sodium

5 - le pH est ajusté à 6,2 à l'aide d'hydroxyde de sodium  
- de l'eau permutee de manière à amener la masse totale à 564,3 kg.

b) - Dans un deuxième réacteur on prépare une phase organique en mélangeant :

- 107,6 kg de Polyisobutène  
- 74,5 kg d'ISOPAR™ G  
10 - 14,1 kg de MONTANET™ 70  
- 2,5 kg d'HYPERMER™ 2296  
- 4,1 kg de SIMALINE™ IE 200

c) - La phase aqueuse est alors introduite dans la phase organique sous agitation et  
puis la pré-émulsion ainsi obtenue est soumise à une agitation mécanique violente à l'aide  
15 d'une turbine de type Silverson de manière à créer une émulsion fine sous barbotage  
d'azote.

d) - Après refroidissement à environ 8°C, la réaction de polymérisation est initiée à  
l'aide du couple oxydoréducteur : persulfate d'ammonium / métabisulfite de sodium.

e) - Une fois la réaction de polymérisation terminée, on retire par distillation sous  
20 vide l'ISOPAR™ G et la quasi-totalité d'eau.

f) - On obtient après introduction de 5 % de MONTANOX™ 20 un latex inverse  
épaississant anionique contenant environ 63 % de polymère. Le produit obtenu est peu vis-  
queux, son pouvoir épaississant est important et il s'inverse facilement. Sa teneur en eau  
mesurée par une titrimétrie Karl-Fisher est de 3 % en poids.

Mesures de viscosité (viscosimètre Brookfield RVT)

	Mobile (M) ; Vitesse de rotation du mobile (V) (en tour par mi- nute)	Viscosité en mPas
Latex inverse	M 4 ; V : 20	4 000
Solution aqueuse à 2% en poids	M 6 ; V : 5	90 000
Solution aqueuse à 2% en poids + 0,1 % en poids de NaCl	M 6 ; V : 5	20 000

EXEMPLE 5 : Latex inverse du terpolymère AM/ATBS/VP (rapport molaire :5 65/25/10) ((Epaississant anionique – composition 5)

a) - Dans un premier bêcher, on introduit successivement sous agitation :

- 245,6 g d'une solution commerciale d'acrylamide (AM) à 50 % (massique)
- 279 g d'une solution commerciale à 55 % du sel de sodium de l'acide 2-acrylamido 2-méthyl propanesulfonique (AMPS)
- 29,6 g de vinyl pyrrolidone (VP)
- 0,082 g de méthylène bis(acrylamide) (MBA).
- 0,45 g d'une solution commerciale à 40 % du diéthylènetriaminepentaacétate de sodium
- le pH est ajusté à 5,0 à l'aide d'acide 2-acrylamido 2-méthyl propanesulfonique en poudre
- de l'eau perméée de manière à amener la masse totale à 644,7 g

b) - Dans un deuxième réacteur on prépare une phase organique en mélangeant :

- 110 g de Polyisobutène
- 133 g d'ISOPAR<sup>TM</sup> G
- 13,5 g de MONTANE<sup>TM</sup> 70
- 6,5 g de MONTANOX<sup>TM</sup> 71
- 3,0 g d'HYPERMER<sup>TM</sup> 2296
- 5,0 g de SIMALINE<sup>TM</sup> IE 200

c) - La phase aqueuse est alors introduite dans la phase organique sous agitation et puis la pré-émulsion ainsi obtenue est soumise à une agitation mécanique violente à l'aide d'une turbine de type Silverson de manière à créer une émulsion fine sous barbotage d'azote.

5 d) - Après refroidissement à environ 8°C, la réaction de polymérisation est initiée à l'aide du couple oxydoréducteur : persulfate d'ammonium / métabisulfite de sodium.

e) - Une fois la réaction de polymérisation terminée, on retire par distillation sous vide l'ISOPAR™ G et la quasi-totalité d'eau.

10 f) - On obtient après introduction de 5 % de MONTANOX™ 20 un latex inverse épaisseur anionique contenant environ 63 % de polymère. Le produit obtenu est peu visqueux, son pouvoir épaisseur est important et il s'inverse facilement. Sa teneur en eau mesurée par une titrimétrie Karl-Fisher est de 4 % en poids.

Mesures de viscosité (viscosimètre Brookfield RVT)

	Mobile (M) ; Vitesse de rotation du mobile (V) (en tour par minute)	Viscosité en mPas
Latex inverse	M 4 ; V : 20	4 000
Solution aqueuse à 2% en poids	M 6 ; V : 5	75 000
Solution aqueuse à 2% en poids + 0,1 % en poids de NaCl	M 6 ; V : 5	10 000

15

Exemple 6 : Latex Inverse du copolymère AM/APTAC (rapport molaire : 85/15) (Epaississant cationique - composition).

a) Dans un premier bêcher, on introduit successivement sous agitation :

20 - 452,6 g d'une solution commerciale d'acrylamide (AM) à 50 % (massique),  
- 154,9 g d'une solution commerciale à 75 % de chlorure de N,N,N-Triméthyl 3-(1-oxo 2-propényl) propanammonium (APTAC),  
- 0,029 g de méthylène bis(acrylamide),  
- 0,56 g d'une solution commerciale à 40 % du diéthylénetriaminepentaacétate de sodium.

- Le pH est ajusté à 5,0 .
- La quantité totale est ajustée à 814 g par ajout du complément en eau.

b) - Dans un second bêcher, on prépare une phase organique en mélangeant :

- 137,5 g de MARCOL™ 52
- 186,5 g d'ISOPAR™ G
- 25,1 g de MONTANE™ 70 ( isostéarate de sorbitan )
- 6,3 g d'HYPERMER™ 2296
- 6,3 g d'acrylate de lauryle éthoxylé à 4 moles (BLEMMER™ ALE 200 )
- 0,123 g d'azo-bis(isobutyronitrile)

c) - La phase aqueuse est alors introduite dans la phase organique sous agitation et puis la pré-émulsion ainsi obtenue est soumise à une agitation mécanique violente à l'aide d'une turbine de type Silverson de manière à créer une émulsion fine. L'ensemble est également placé sous barbotage d'azote.

d) - Puis la polymérisation est initiée à l'aide du système oxydant ; hydroperoxyde de cumène et persulfate d'ammonium et réducteur ; métabisulfite de sodium.

e) - Une fois la réaction de polymérisation terminée, on retire par distillation sous vide l'ISOPAR™ G et la quasi-totalité de l'eau .

f) - On rajoute 5% de MONTANOX 20 de manière à rendre le latex auto-inversible. Le produit obtenu est peu visqueux, il s'inverse facilement et son pouvoir épaisissant est important. Sa teneur en eau mesurée par une titrimétrie Karl-Fisher est de 3 % en poids.

Mesures de viscosité (viscosimètre Brookfield RVT)

	Mobile (M) ; Vitesse de rotation du mobile (V) (en tour par minute)	Viscosité en mPas
Latex inverse	M 4 ; V : 20	1 300
Solution aqueuse à 2% en poids	M 6 ; V : 5	80 600
Solution aqueuse à 2% en poids + 0,1 % en poids de NaCl	M 6 ; V : 5	13 000

Exemples de formulations cosmétiques**Exemple 7 : Crème de soin**

	Cyclométhicone :	10%
5	Composé de l'exemple 2 :	0,8 %
	MONTANOV™ 68 :	4,5 %
	Conservateur :	0,65 %
	Lysine :	0,025 %
	EDTA (sel disodique) :	0,05 %
10	Gomme de xanthane :	0,2 %
	Glycérine :	3%
	Eau :	qsp 100 %

**Exemple 8 : Crème de soin**

15	Cyclométhicone :	10 %
	Composé de l'exemple 4 :	0,8 %
	MONTANOV™ 68 :	4,5 %
	Perfluoropolyméthylisopropyléther :	0,5 %
	Conservateur :	0,65 %
20	Lysine :	0,025 %
	EDTA (sel disodique) :	0,05 %
	PEMULENT™ TR :	0,2 %
	Glycérine :	3 %
	Eau :	qsp 100 %

25

**Exemple 9 : Baume après-rasage**FORMULE

A	Composé de l'exemple 3 :	1,5 %
	Eau :	qsp 100 %

B	MICROPEARL™ M100 :	5,0 %
	SEPICIDE™ CI :	0,50 %
	Parfum :	0,20 %
	Ethanol à 95° :	10,0 %

5 MODE OPERATOIRE

Ajouter B dans A.

**Exemple 10 : Emulsion satinée pour le corps**

FORMULE

10	A	SIMULSOL™ 165 :	5,0 %
		LANOL™ 1688 :	8,50 %
		Beurre de Karité :	2 %
		Huile de paraffine :	6,5 %
		LANOL™ 14 M :	3 %
15		LANOL™ S :	0,6 %
	B	Eau :	66,2 %
	C	MICROPEARL™ M 100 :	5 %
20	D	Composé de l'exemple 5 :	3 %
	E	SEPICIDE™ CI :	0,3 %
		SEPICIDE™ HB :	0,5 %
25		MONTEINE™ CA :	1 %
		Parfum :	0,20 %
		Acétate de vitamine E :	0,20 %
		pyrrolidinonecarboxylate de sodium :	1 % (agent hydratant)

30 MODE OPERATOIRE

Ajouter C dans B, émulsionner B dans A à 70°C, puis ajouter D à 60°C puis E à 30°C.

**Exemple 11 : Lait corporel**FORMULE

A	SIMULSOL™ 165 :	5,0 %
5	LANOL™ 1688 :	12,0 %
	LANOL™ 14 M :	2,0 %
	Alcool cétylique :	0,3 %
	SCHERCEMOL™ OP :	3 %
10	B Eau :	q.s.p. 100%
	C Composé de l'exemple 4 :	0,35 %
	D SEPICIDE™ CI :	0,2 %
15	SEPICIDE™ HB :	0,5 %
	Parfum :	0,20 %

MODE OPERATOIRE

Emulsionner B dans A vers 75°C ; ajouter C vers 60°C, puis D vers 30°C

20

**Exemple 12 : crème H/E**FORMULE

A	SIMULSOL™ 165 :	5,0 %
	LANOL™ 1688:	20,0 %
25	LANOL™ P :	1,0 %
	B Eau :	q.s.p. 100 %
	C Composé de l'exemple 2 :	2,50 %
30	D SEPICIDE™ CI :	0,20 %

SEPICIDE™ HB : 0,30%

MODE OPERATOIRE

Introduire B dans A vers 75°C ; ajouter C vers 60°C, puis D vers 45°C

5

**Exemple 13 : gel solaire non gras**

FORMULE

A Composé de l'exemple 5 : 3,00 %

Eau : 30 %

10

B SEPICIDE™ C : 0,20 %

SEPICIDE™ HB : 0,30 %

Parfum : 0,10 %

15 C Colorant : qs

Eau : 30 %

D MICROPEARL™ M 100 : 3,00 %

Eau : q.s.p. 100%

20

E Huile de silicone : 2,0 %

PARSOL™ MCX : 5,00 %

MODE OPERATOIRE

25 Introduire B dans A; ajouter C puis D, puis E.

**Exemple 14 : Lait solaire**

FORMULE

A SEPIPERL™ N : 3,0 %

30 Huile de sésame : 5,0 %

PARSOL™ MCX : 5,0 %

	Carraghénane λ :	0,10 %
	B Eau :	q.s.p.100 %
5	C Composé de l'exemple 3 :	0,80 %
	D Parfum :	q.s.
	Conservateur :	q.s.

10 MODE OPERATOIRE

Emulsionner B dans A à 75°C puis ajouter C vers 60°C, puis D vers 30°C et ajuster le pH si nécessaire

**Exemple 15 : Gel de massage**15 FORMULE

A	Composé de l'exemple 2:	3,5 %
	Eau :	20,0 %
B	Colorant :	2 gouttes/100 g
20	Eau :	q.s.
C	Alcool :	10 %
	Menthol :	0,10 %
25	D Huile de silicone :	5,0 %

MODE OPERATOIRE

Ajouter B dans A; puis ajouter au mélange, C puis D

**Exemple 16 : gel soin de massage****FORMULE**

20	A	Composé de l'exemple 3 :	3,00 %
		Eau :	30 %
5	B	SEPICIDE™ CI :	0,20 %
		SEPICIDE™ HB :	0,30 %
		Parfum :	0,05 %
10	C	colorant :	q.s.
		Eau :	q.s.p. 100 %
	D	MICROPEARL™ SQL :	5,0 %
		LANOL™ 1688 :	2 %

**15 MODE OPERATOIRE**

Préparer A ; additionner B, puis C, puis D.

**Exemple 17 : Gel coup d'éclat****FORMULE**

20	A	Composé de l'exemple 4 :	4 %
		Eau :	30 %
	B	ELASTINE HPM :	5,0 %
25	C	MICROPEARL™ M 100 :	3 %
		Eau :	5 %
	D	SEPICIDE™ CI :	0,2 %
		SEPICIDE™ HB :	0,3 %
30		Parfum :	0,06 %
		pyrrolidinonecarboxylatede sodium à 50 % :	1 %

Eau : q.s.p. 100 %

MODE OPERATOIRE

Préparer A; additionner B, puis C, puis D.

5

**Exemple 18 : Lait corporel**

FORMULE

A	SEPIPERL™ N :	3,0 %
	Triheptonate de glycérol :	10,0 %

10

B	Eau :	q.s.p. 100 %
---	-------	--------------

C	Composé de l'exemple 5 :	1,0 %
---	--------------------------	-------

15

D	Parfum :	q.s.
	Conservateur :	q.s.

MODE OPERATOIRE

Fondre A à environ 75°C . Emulsionner B dans A à 75°C puis ajouter C vers 60°C, puis D.

20 **Exemple 19 : Emulsion démaquillante à l'huile d'amandes douces**

FORMULE

	MONTANOV™ 68 :	5 %
	Huile d'amandes douces :	5 %
	Eau :	q.s.p. 100 %
25	Composé de l'exemple 4 :	0,3 %
	Glycérine :	5 %
	Conservateur :	0,2 %
	Parfum :	0,3 %

**Exemple 20 : Crème hydratante pour peaux grasses****FORMULE**

	MONTANOV™ 68 :	5 %
	Octanoate de cétylstéaryl :	8 %
5	palmitate d'octyle :	2 %
	Eau :	q.s.p. 100 %
	Composé de l'exemple 3 :	0,6 %
	MICROPEARL™ M 100:	3,0 %
	Mucopolysaccharides:	5 %
10	SEPICIDE™ HB:	0,8 %
	Parfum :	0,3 %

**Exemple 21 : Baume après-rasage apaisant sans alcool****FORMULE**

15	Mélange de lauryl aminoacides :	0,1 % à 5 %
	Aspartate de magnésium et de potassium :	0,002 % à 0,5 %
	LANOL™ 99 :	2 %
	Huile d'amandes douces :	0,5 %
	Eau :	q.s.p. 100 %
20	Composé de l'exemple 2 :	3 %
	SEPICIDE™ HB :	0,3 %
	SEPICIDE™ CI :	0,2 %
	Parfum :	0,4 %

**25 Exemple 22 : Crème aux AHA pour peaux sensibles****FORMULE**

	Mélange de lauryl aminoacides :	0,1 % à 5 %
	Aspartate de magnésium et de potassium :	0,002 % à 0,5 %
	LANOL™ 99 :	2 %
30	MONTANOV™ 68 :	5,0 %
	Eau :	q.s.p. 100 %

	Composé de l'exemple 2 :	1,50 %
	Acide gluconique :	1,50 %
	Triéthanolamine :	0,9 %
	SEPICIDE™ HB :	0,3 %
5	SEPICIDE™ CI :	0,2 %
	Parfum :	0,4 %

**Exemple 23 : Soin apaisant après-soleil****FORMULE**

10	Mélange de lauryl aminoacides :	0,1 % à 5 %
	Aspartate de magnésium et de potassium :	0,002 % à 0,5 %
	LANOL™ 99 :	10,0 %
	Eau :	q.s.p. 100 %
	Composé de l'exemple 4 :	2,50 %
15	SEPICIDE™ HB :	0,3 %
	SEPICIDE™ CI :	0,2 %
	Parfum :	0,4 %
	Colorant :	0,03 %

**20 Exemple 24 : Lait démaquillant****FORMULE**

	SEPIPERL™ N :	3 %
	PRIMOL™ 352 :	8,0 %
	Huile d'amandes douces :	2 %
25	Eau:	q.s.p. 100 %
	Composé de l'exemple 3 :	0,8 %
	Conservateur :	0,2 %

**Exemple 25 : Lait corporel****30 FORMULE**

SEPIPERL™ N :	3,5 %
---------------	-------

	LANOL™ 37T :	8,0 %
	SOLAGUM™ L :	0,05 %
	Eau :	q.s.p. 100 %
	Benzophénone :	2,0 %
5	Diméthicone 350 cPs :	0,05 %
	Composé de l'exemple 5 :	0,8 %
	Conservateur :	0,2 %
	Parfum :	0,4%

10    **Exemple 26 : émulsion fluide à pH alcalin**

	MARCOL™ 82 :	5,0 %
	NaOH :	10,0 %
	Eau :	q.s.p. 100 %
	Composé de l'exemple 2 :	1,5 %

15

**Exemple 27 : Fond de teint fluide**

**FORMULE**

	SIMULSOL™ 165 :	5,0 %
	LANOL™ 84D :	8,0 %
20	LANOL™ 99 :	5,0 %
	Eau :	q.s.p. 100 %
	Pigments et charges minérales :	10,0 %
	Composé de l'exemple 3 :	1,2 %
	Conservateur :	0,2 %
25	Parfum :	0,4 %

**Exemple 28 : Lait solaire**

**FORMULE**

	SEPIPERL™ N :	3,5 %
30	LANOL™ 37T :	10,0 %
	PARSOL™ NOX :	5,0 %

	EUSOLEX™ 4360 :	2,0 %
	Eau:	q.s.p. 100 %
	Composé de l'exemple 4 :	1,8 %
	Conservateur :	0,2 %
5	Parfum :	0,4 %

**Exemple 29 : Gel contour des yeux****FORMULE**

	Composé de l'exemple 3 :	2,0 %
10	Parfum :	0,06 %
	pyrrolidinonecarboxylate de sodium :	0,2 %
	DOW CORNING™ 245 FLuid :	2,0 %
	Eau :	q.s.p. 100%

**15 Exemple 30: composition de soin non rincée****FORMULE**

	Composé de l'exemple 4:	1,5 %
	Parfum :	q.s.
	Conservateur :	q.s.
20	DOW CORNING™ X2 8360 :	5,0 %
	DOW CORNING™ Q2 1401:	15,0 %
	Eau:	q.s.p. 100 %

**Exemple 31 : gel amincissant**

25	Composé de l'exemple 5 :	5 %
	Ethanol :	30 %
	Menthol :	0,1 %
	Caféine :	2,5 %
	Extrait de ruscus :	2 %
30	Extrait de lierre :	2 %
	SEPICIDE™ HB	1 %

Eau	q.s.p. 100 %
-----	--------------

**Exemple 32 : Baume après-rasage apaisant sans alcool**

**FORMULE**

5	A	LIPACIDE™ PVB :	1,0 %
		LANOL™ 99 :	2,0 %
		Huile d'amandes douces :	0,5 %
	B	Composé de l'exemple 3 :	3,5 %
10	C	Eau :	q.s.p. 100 %
	D	Parfum :	0,4 %
		SEPICIDE™ HB :	0,4 %
15		SEPICIDE™ CI :	0,2 %

**Exemple 33: Gel rafraîchissant après-rasage**

**FORMULE**

20	A	LIPACIDE™ PVB :	0,5 %
		LANOL™ 99 :	5,0 %
		Composé de l'exemple 2 :	2,5 %
	B	eau :	q.s.p. 100%
25	C	MICROPEARL™ LM :	0,5 %
		Parfum :	0,2 %
		SEPICIDE™ HB :	0,3 %
		SEPICIDE™ CI :	0,2 %

**Exemple 34 : Soin pour les peaux grasses****FORMULE**

A	MICROPEARL™ M310 :	1,0 %
	Composé de l'exemple 4 :	5,0 %
5	Isononanoate d'octyle :	4,0 %
B	Eau :	q.s.p. 100 %
C	SEPICONTROL™ A5 :	4,0 %
10	Parfum :	0,1 %
	SEPICIDE™ HB :	0,3 %
	SEPICIDE™ CI :	0,2 %
D	CAPIGEL™ 98 :	0,5 %
15	Eau :	10 %

**Exemple 35 : Crème aux AHA****FORMULE**

A	MONTANOV™ 68 :	5,0 %
20	LIPACIDE™ PVB :	1,05 %
	LANOL™ 99 :	10,0 %
B	Eau :	q.s.p. 100 %
	Acide gluconique :	1,5 %
25	TEA (triéthanolamine) :	0,9 %
C	Composé de l'exemple 5 :	1,5 %
D	Parfum :	0,4 %
	SEPICIDE™ HB :	0,2 %
30	SEPICIDE™ CI :	0,4 %

**Exemple 36 : Autobronzant non gras pour visage et corps****FORMULE**

A	LANOL™ 2681 :	3,0 %
	Composé de l'exemple 4	2,5 %

5

B	Eau :	q.s.p. 100 %
	Dihydroxyacétone :	3,0 %

10

C	Parfum :	0,2 %
	SEPICIDE™ HB :	0,8 %
	hydroxyde de sodium :                   qs	pH = 5 %

**Exemple 37 : Lait solaire au monoï de Tahiti****FORMULE**

15	A	Monoï de Tahiti :	10 %
		LIPACIDE™ PVB :	0,5 %
		Composé de l'exemple 2 :	2,2 %

20

B	Eau :	q.s.p. 100 %
C	Parfum :	0,1 %
	SEPICIDE™ HB :	0,3 %
	SEPICIDE™ CI :	0,1 %
	Méthoxycinnamate d'octyle :	4,0 %

25

**Exemple 38 : Soin solaire pour le visage****FORMULE**

A	Cyclométhicone et diméthiconol :	4,0 %
	Composé de l'exemple 3 :	3,5 %

30

B	Eau :	q.s.p. 100 %
---	-------	--------------

C	Parfum :	0,1 %
	SEPICIDE™ HB :	0,3 %
	SEPICIDE™ CI :	0,21 %
5	Méthoxycinnamate d'octyle :	5,0 %
	Micatitane :	2,0 %
	Acide lactique :	q.s.p. pH = 6,5

**Exemple 39 Emulsion bronzante sans soleil****10 FORMULE**

A	LANOL™ 99 :	15 %
	MONTANOV™ 68 :	5,0 %
	Paraméthoxycinnamate d'octyle :	3,0 %
15	B Eau :	q.s.p. 100 %
	Dihydroxyacétone :	5,0 %
	Phosphate monosodique :	0,2 %
C	Composé de l'exemple 4 :	0,5 %
20	D Parfum :	0,3 %
	SEPICIDE™ HB :	0,8 %
	hydroxyde de sodium :	q.s. pH = 5.

**Exemple 40 : Gel brillance**

25	Composé de l'exemple 5 :	1,5 %
	Silicone volatile :	25 %
	Monopropylèneglycol :	25 %
	Eau déminéralisée :	10 %
	Glycérine :	qsp 100 %

**Exemple 41 : Gel amincissant**

	Composé de l'exemple 4 :	1,5 %
	Isononanoate d'isononyle :	2 %
	Caféine :	5 %
5	Ethanol :	40 %
	MICROPEARL™ LM :	2 %
	Eau déminéralisée :	qsp 100 %
	Conservateur parfum :	qs

**10 Exemple 42 : Lait démaquillant**

	SIMULSOL™ 165 :	4 %
	MONTANOV™ 202 :	1 %
	Caprylate-caprate triglyceride :	15 %
	PECOSIL™ DCT :	1 %
15	Eau déminéralisée :	qs
	CAPIGEL™ 98 :	0,5 %
	Composé de l'exemple 5	1 %
	PROTEOL™ OAT :	2 %
	Hydroxyde de sodium :	qsp pH = 7

20

**Exemple 43 : Masque crème "rinse off" restructurant pour cheveux stressés et fragilisés**Formule

	KETROL™ :	0,5 %
25	PECOSIL™ SPP50 :	0,75 %
	N-cocoyl aminoacides :	0,70 %
	Butylèneglycol :	3,0%
	Composé de l'exemple 1 :	3,0%
	MONTANOV™ 82 :	3,0%
30	Huile de jojoba :	1,0%
	LANOL™ P :	6,0%

	AMONYL™ DM :	1,0%
	LANOL™99 :	5,0%
	SEPICIDE™ HB :	0,3%
	SEPICIDE™CI :	0,2%
5	Parfum :	0,2%
	Eau :	qsp 100%

**Exemple 44 : Crème solaire**

	SIMULSOL™ 165 :	3 %
10	MONTANOV™ 202 :	2 %
	Benzoate C12-C15 :	8 %
	PECOSIL™ PS 100 :	2 %
	Diméthicone :	2 %
	Cyclométhicone :	5 %
15	para-méthoxy cinnamate d'octyle :	6 %
	Benzophénone-3 :	4 %
	Oxyde de Titane :	8 %
	Gomme xanthane :	0,2 %
	Butylèneglycol :	5 %
20	Eau déminéralisée :	qsp 100 %
	Composé de l'exemple 2 :	1,5 %
	Conservateur, parfum :	qs

**Exemple 45 : Gel de soin peaux mixtes**

25	Composé de l'exemple 3 :	4 %
	Squalane végétal :	5 %
	Diméthicone :	1,5 %
	SEPICONTROL™ A5 :	4 %
	Gomme xanthane :	0,3 %
30	Eau :	qsp 100 %
	Conservateur, Parfum :	

**Exemple 46 : Lotion capillaire**Formule

	Butylène glycol :	3, 0%
	composé de l'exemple 6 :	3 %
5	SIMULSOL™1293 :	3,0%
	Acide lactique :	qs pH = 6
	SEPICIDE™ HB :	0,2%
	SEPICIDE™CI :	0,3%
	Parfum :	0,3%
10	Eau :	qs 100%

**Exemple 47 : Shampooing protecteur et relaxant**Formule

	Amonyl™ 675 SB :	5,0%
	Sodium lauryl éther sulfate à 28% :	35,0%
15	composition de l'exemple 6 :	3,0%
	SEPICIDE™ HB:	0,5%
	SEPICIDE™CI :	0,3%
	hydroxyde de sodium :	QS pH = 7,2
	Parfum :	0,3%
20	Colorant (FDC bleu 1/jaune 5) :	QS
	Eau :	QSP 100%

**Exemple 48 : Protecteur "leave-on" ; Soin anti-stress pour cheveux**Formule

25	KETROL™T :	0,5%
	mélange de cocoyl aminoacides :	3,0%
	Butylèneglycol :	5,0%
	DC 1501 :	5,0%
	compositon de l'exemple 1 :	4,0%
30	SEPICIDE™ HB:	0,5%

SEPICIDE <sup>TM</sup> CI :	0,3%
Parfum :	0,3%
Eau :	QSP 100

5   **Exemple 49 : Crème vitaminée**

SIMULSOL <sup>TM</sup> 165 :	5 %
MONTANOV <sup>TM</sup> 202 :	1 %
Caprylic/capric triglycérides :	20 %
Palmitate de vitamine A :	0,2 %
10   Acétate de vitamine E :	1 %
MICROPEARL <sup>TM</sup> M 305 :	1,5 %
Composé de l'exemple 1 :	2 %
Eau	qsp   100 %
Conservateur, parfum	qs

15

Les définitions des produits commerciaux utilisés dans les exemples sont les suivantes :

SIMULSOL<sup>TM</sup> 1293 est de l'huile de castor hydrogénée et éthoxylée, avec un indice d'éthoxylation égal à 40, commercialisé par la société SEPPIC.

20   CAPIGEL<sup>TM</sup> 98 est un épaississant liquide à base de copolymère acrylate commercialisé par la société SEPPIC.

KETROL<sup>TM</sup>T est de la gomme de xanthane commercialisée par la société KELCO.

LANOL<sup>TM</sup>99 est de l'isononyl isononanoate commercialisé par la société SEPPIC.

DC1501 est un mélange de cyclopentasiloxane et de diméthiconol commercialisé par la société DOW CHEMICAL.

MONTANOV<sup>TM</sup>82 est un agent émulsionnant à base d'alcool cétéaryl et de cocoylglucoside.

Le MONTANOV<sup>TM</sup> 68 (cétéaryl glucoside), est une composition auto-émulsionnable telle que décrite dans WO 92/06778, commercialisée par la société SEPPIC.

30   Le MICROPEARL<sup>TM</sup> M 100 est une poudre ultra fine au toucher très doux et à action matifiante commercialisée par la société MATSUMO.

Le SEPICIDE™ CI, imidazolidine urée, est un agent conservateur commercialisé par la société SEPPIC.

PEMULEN™ TR est un polymère acrylique commercialisé par GOODRICH.

Le SIMULSOL™ 165 est du stéarate de glycérol auto-émulsionnable commercialisée par la 5 société SEPPIC.

Le LANOL™ 1688 est un ester émollient à effet non gras commercialisé par la société SEP-  
PIC.

Le LANOL™ 14M et le LANOL® S sont des facteurs de consistance commercialisés par la société SEPPIC.

10 Le SEPICIDE™ HB , qui est un mélange de phénoxyéthanol, de méthylparaben, d'éthylparaben, de propylparaben et de butylparaben, est un agent conservateur commercialisé par la société SEPPIC.

Le MONTEINE™ CA est un agent hydratant commercialisé par la société SEPPIC.

Le SCHERCEMOL™ OP est un ester émollient à effet non gras.

15 Le LANOL™ P est un additif à effet stabilisant commercialisé par la société SEPPIC.

Le PARSOL™ MCX est de l'octyl paraméthoxycinnamate; commercialisé par la société GIVAUDAN.

Le SEPIPERL™ N est un agent nacrant, commercialisé par la société SEPPIC, à base d'un mélange d'alkyl poly glucosides tels que ceux décrits dans WO 95/13863.

20 Le MICROPEARL™ SQL est un mélange de micro particules renfermant du squalane qui se libère sous l'action du massage; il est commercialisé par la société MATSUMO.

Le LANOL™ 99 est de l'isononyl isononanoate commercialisé par la société SEPPIC.

Le LANOL™ 37T est du triheptanoate de glycérol, commercialisé par la société SEPPIC.

Le SOLAGUM™ L est un carraghénane commercialisé par la société SEPPIC.

25 Le MARCOL™ 82 est une huile de paraffine commercialisée par la société EXXON.

Le LANOL™ 84D est du malate de dioctyle commercialisé par la société SEPPIC.

Le PARSOL NOX™ est un filtre solaire commercialisé par la société GIVAUDAN.

l' EUROLEX™ 4360 est un filtre solaire commercialisé par la société MERCK.

Le DOW CORNING™ 245 Fluid est de la cyclométhicone, commercialisée par la société

30 DOW CORNING.

Le LIPACIDE™ PVB, est un hydrolysat de protéines de blé acylé commercialisé par la so-

ciété SEPPIC.

Le MICROPEARL™ LM est un mélange de squalane, de polyméthylméthacrylate et de menthol, commercialisé par la société SEPPIC.

Le SEPICONTROL™ A5 est un mélange capryloy glycine, sarcosine, extrait de cinnamon zylanicum, commercialisé par la société SEPPIC, tel que ceux décrits dans la demande internationale de brevet PCT/FR98/01313 déposée le 23 juin 1998.

Le LANOL™ 2681 est un mélange caprylate, caprate de coprah, commercialisé par la société SEPPIC.

Le MONTANOV™ 202, est une composition APG/alcools gras telle que décrite dans WO9 10 98/47610, commercialisée par la société SEPPIC.

## REVENDICATIONS

1. Composition sous forme d'un latex inverse comprenant :

- a) de 50 % en poids à 80 % d'au moins un polymère organique (P) linéaire, branché ou réticulé,
- b) de 5 % en poids à 10 % d'un système émulsionnant (S<sub>1</sub>) de type eau dans huile (E/H),
- c) de 5 % en poids à 45 % en poids d'au moins une huile, et
- d) de 0 % à 5 % d'eau.

2. Composition telle que définie à la revendication 1, dans laquelle le polymère (P) est :

- soit un homopolymère d'un monomère choisi ou bien parmi ceux possédant une fonction acide fort partiellement ou totalement salifiée ou bien parmi ceux possédant une fonction acide faible partiellement ou totalement salifiée ou bien parmi les monomères cationiques,
- soit un copolymère dans lequel chacun des monomères est choisi indépendamment l'un de l'autre ou bien parmi ceux possédant une fonction acide forte partiellement ou totalement salifiée ou bien parmi ceux possédant une fonction acide faible partiellement ou totalement salifié ou bien parmi les monomères neutres ou bien parmi les monomères cationiques,
- soit un terpolymère dans lequel chacun des monomères est choisi indépendamment les uns des autres ou bien parmi ceux possédant une fonction acide forte partiellement ou totalement salifiée ou bien parmi ceux possédant une fonction acide faible partiellement ou totalement salifié ou bien parmi les monomères neutres ou bien parmi les monomères cationiques,
- soit un térapolymère dans lequel chacun des monomères est choisi indépendamment les uns des autres ou bien parmi ceux possédant une fonction acide forte partiellement ou totalement salifiée ou bien parmi ceux possédant une fonction acide faible partiellement ou totalement salifié ou bien parmi les monomères neutres ou bien parmi les monomères cationiques.

3. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 ou 2, dans laquelle le polymère (P) est réticulé avec un composé diéthylénique ou polyéthylénique dans la proportion molaire exprimée par rapport aux monomères mis en oeuvre, de 0,005% à 1%, et de préférence de 0,01 % à 0,2 % et, plus particulièrement de 0,01 % à 0,1 %.

5 4. Composition telle que définie à la revendication 3, pour laquelle l'agent de réticulation et/ou l'agent de ramifications est choisi parmi le diméthacrylate d'éthylèneglycol, le diacrylate de diéthylèneglycol, le diallyloxyacétate de sodium, le diacrylate d'éthylèneglycol, le diallyl urée, le triallylamine, le triméthylol propanetriacrylate ou le méthylène-bis-(acrylamide).

10 5. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 4, pour laquelle le monomère à fonction acide fort, que le polymère (P) comporte est l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique partiellement ou totalement salifié.

15 6. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 5, pour laquelle les monomères à fonction acide faible, que le polymère (P) comportent sont choisis parmi l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, l'acide itaconique, l'acide maléique ou l'acide 3-méthyl 3-[(1-oxo 2-propényl) amino] butanoïque partiellement ou totalement salifié.

20 7. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 6, pour laquelle les monomères à fonction acide faible, que le polymère (P) comportent sont choisis parmi l'acrylamide, le méthacrylamide, le diacétoneacrylamide, le diméthylacrylamide, le N-isopropyl acrylamide, le N-[2-hydroxy 1,1-bis(hydroxyméthyl) éthyl] propénamide, l'acrylate de (2-hydroxy éthyle), l'acrylate de (2,3-dihydroxy propyle), le méthacrylate de (2-hydroxy éthyle), le méthacrylate de (2,3-dihydroxy propyle), un dérivé éthoxylé de poids moléculaire compris entre 400 et 1000, de chacun de ces esters ou le vinyl pyrrolidone.

25 8. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 7, pour laquelle les monomères cationiques que le polymère (P) comportent sont choisis parmi les sels de 2,N,N,N-tétraméthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] propanammonium, de 2,N,N-triméthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] propanammonium, de N,N,N-triméthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) oxy] éthanammonium, de N,N,N-triméthyl 3-[(1-oxo 2-propényl) oxy] propanammonium, de N,N,N-triméthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] propanammonium ou de diallyl diméthyl 30 ammonium.

9. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 8, dans laquelle le polymère (P) est choisi parmi :

- les copolymères réticulés de l'acide acrylique partiellement salifié sous forme de sel de sodium ou de sel d'ammonium et de l'acrylamide ;

5 - les copolymères réticulés de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique partiellement salifié sous forme de sel de sodium et de l'acrylamide ;

- les copolymères réticulés de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique et de l'acide acrylique partiellement salifiés sous forme de sel de sodium ;

10 - les copolymères réticulés de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique partiellement salifié sous forme de sel de sodium et de l'acrylate de 2-hydroxy éthyle ;

- les copolymères réticulés de l'acrylamide et du N,N,N-triméthyl 3-(1-oxo 2-propényle) propanammonium,

15 - les homopolymères réticulés de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique partiellement salifié sous forme de sel de sodium ;

- les homopolymères réticulés de l'acide acrylique partiellement salifié sous forme de sel d'ammonium ou de sel de monoéthanolamine,

- les terpolymères de l'acrylamide, du N,N,N-triméthyl 3-(1-oxo 2-propényle) propanammonium, et de tris(hydroxyméthyl)aminométhyl acrylamide.

20 les terpolymères réticulés de l'acrylamide, de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique et de l'acide acrylique partiellement salifiés sous forme de sel sodium,

25 les terpolymères de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique partiellement salifié sous forme de sel de sodium, de l'acrylamide et du vinyl pyrrolidone.

10. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 9, comprenant de 60 % en poids à 70 % en poids de polymère (P).

11. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 10, comprenant en outre jusqu'à 5 % de son poids d'un système émulsionnant (S<sub>2</sub>) de type huile dans eau 30 (H/E).

12. Procédé de préparation de la composition telle que définie précédemment, caractérisé en ce que :

- a) l'on émulsionne une phase aqueuse (A) contenant les monomères et les éventuels additifs hydrophiles, dans une phase organique (O) contenant, le système tensioactif (S<sub>1</sub>), un mélange constitué de l'huile destinée à être présente dans la composition finale et d'une huile volatile et les éventuels additifs hydrophobes,
- 5 b) l'amorce la réaction de polymérisation par introduction dans l'émulsion formée en a), d'un initiateur de radicaux libres puis on la laisse se dérouler, et
- c) l'on concentre par distillation, le milieu réactionnel issu de l'étape b), jusqu'à élimination complète de ladite huile volatile.
- 10

13. Procédé tel que défini à la revendication 12, dans lequel à l'issu de l'étape c), on introduit un ou plusieurs agents émulsifiants de type huile dans eau à une température inférieure à 50°C.

14. Utilisation de la composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 11, comme épaississant et/ou émulsionnant de composition topique, cosmétique, dermopharmaceutique ou pharmaceutique.

15. Utilisation de la composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 11, comme épaississant de pâtes d'impression textile.

THIS PAGE BLANK (USPTO)